(9) RÉPUBLIQUE FRANÇAISE

## INSTITUT NATIONAL DE LA PROPRIÉTÉ INDUSTRIELLE

**PARIS** 

11 No de publication :

2 767 195

(à n'utiliser que pour les commandes de reproduction)

21 Nº d'enregistrement national :

97 15856

(51) Int CI6: G 01 N 21/05

Appears to skew a constrailey - 1 of clargated grown.

(12)

## **DEMANDE DE BREVET D'INVENTION**

Δ1

22 Date de dépôt : 15.12.97.

(30) Priorité :

71) Demandeur(s): COMMISSARIAT A L'ENERGIE ATO-MIQUE ETABLISS DE CARACT SCIENT TECH ET INDUST — FR.

Date de mise à la disposition du public de la demande : 12.02.99 Bulletin 99/06.

66 Liste des documents cités dans le rapport de recherche préliminaire : Se reporter à la fin du présent fascicule

Références à d'autres documents nationaux apparentés :

(72) Inventeur(s): PICARD BERNARD, BENEYTON BERNARD, BONO HUBERT et VAUCHIER CLAUDE.

73 Titulaire(s):

Mandataire(s): BREVATOME.

(54) CUVE D'ABSORPTION POUR SYSTEME D'ANALYSE DE GAZ.

(57) L'invention est relative à une cuve d'absorption d'un rayonnement lumineux ou autre.

De manière plus précise, l'invention concerne une cellule d'absorption d'un rayonnement lumineux ou autre en particulier pour un système d'analyse de gaz, afin notamment de mesurer la concentration de ce gaz lorsque le rayonnement traverse un échantillon de gaz contenu dans la cuve ou cellule.

Cette cuve, de type elliptique ou de WHITE comprend au moins un miroir concave, des moyens de mise en circulation d'un gaz, et des moyens d'entrée et de sortie dudit rayonnement lumineux ou autre, ladite cuve étant constituée par l'assemblage de deux parties complémentaires formant une enceinte fermée comprenant des faces supérieures et inférieures, la surface interne de ladite enceinte étant recouverte d'une couche réfléchissante et ledit miroir concave étant constitué d'une portion de cylindre de section elliptique ou circulaire, la génératrice dudit cylindre étant perpendiculaire au plan desdites faces supérieures et inférieures.



#### CUVE D'ABSORPTION POUR SYSTEME D'ANALYSE DE GAZ

#### DESCRIPTION

L'invention est relative à une cuve d'absorption d'un rayonnement lumineux ou autre.

manière plus précise, l'invention concerne une cellule d'absorption d'un rayonnement ou autre en particulier pour lumineux un système d'analyse de gaz, afin notamment de mesurer concentration de ce gaz lorsque le rayonnement traverse un échantillon de gaz contenu dans la cuve ou cellule.

Le domaine technique de l'invention peut être défini comme celui de l'analyse des gaz, et en particulier de la mesure des gaz présents en faible ou très faible concentrations dans un échantillon de ceuxci qui est basée sur l'absorption d'un rayonnement lumineux ou autre lors de la traversée de l'échantillon de gaz contenu dans une cellule ou cuve par ledit rayonnement notamment infrarouge.

Ainsi dans le cas des analyseurs de gaz par 20 spectrophotométrie infrarouge ceux-ci sont-ils généralement constitués, comme on l'a indiqué sur la figure 1 d'une source infrarouge (11), d'un modulateur de faisceau (12) généralement de type mécanique, d'une cuve ou cellule optique contenant le gaz à analyser 25 (13), d'un dispositif sélectionnant la longueur d'onde dans l'infrarouge tel qu'un réseau de diffraction ou un filtre interférentiel (14), d'un détecteur infrarouge (15) d'un système de traitement (16), et enfin d'un dispositif électronique (non représenté).

L'élément central des systèmes d'analyse de gaz par absorption d'un rayonnement lumineux, notamment infrarouge, est donc constitué par la cuve ou cellule d'analyse qui contient le gaz à analyser.

5

10

L'absorption due au gaz dépend essentiellement de la longueur de la cuve d'analyse, en effet, si \( \alpha \) désigne le coefficient d'absorption du gaz et L la longueur de la cuve, la transmission de la cuve contenant le gaz à analyser est donnée par la relation (1) :

$$T = e^{-\alpha L} \tag{1}$$

Dans le cas des faibles absorptions, ce qui concerne la majorité des gaz la relation (1) ci-dessus peut se réécrire selon la relation (1 bis)

$$T = 1 - \alpha L \qquad (1 \text{ bis})$$

La relation (1 bis) met en évidence que la sensibilité du dispositif d'analyse est fonction de la longueur optique de la cuve d'absorption.

Autrement dit, d'une part certains gaz ont des bandes d'absorption qui absorbent si faiblement que l'absorption peut être seulement détectée après que le rayonnement ou radiation ait parcouru une longue distance pouvant aller jusqu'à quelques dizaines de mètres dans le gaz, d'autre part, des gaz peuvent avoir une absorption assez forte mais ils sont présents en faibles concentrations, de l'ordre de quelques ppm ou moins, de sorte que des trajets optiques longs sont également nécessaires.

Afin d'augmenter la sensibilité des systèmes d'analyse par absorption d'un rayonnement lumineux ou autre tel qu'un rayonnement infrarouge il est donc apparu nécessaire d'augmenter la longueur optique des cuves d'absorption.

Cependant, les analyseurs de gaz du commerce comprennent rarement des cellules ou cuves

5

20

25

d'analyse avec un très long trajet optique pour des raisons de limitation de la taille de ces dispositifs.

Lorsque l'utilisation d'une cellule d'analyse avec un long trajet optique est indispensable on a alors eu recours à des cellules munies de miroirs et en général d'au moins un miroir concave, pour que le rayon traverse la cellule un grand nombre de fois en accroissant en conséquence le trajet optique.

Les premiers systèmes de ce type mis en oeuvre utilisaient un miroir sphérique et un prisme tronqué, ou plus couramment un miroir sphérique ou elliptique et une paire de miroirs plans.

Cette dernière cuve comprenant un miroir elliptique et deux miroirs plans est selon la terminologie largement répandue dans ce domaine de la technique dénommée « cuve elliptique ».

J.U. White dans l'article intitulé « Long optical Path of large aperture », J.O.S.A, May 1942, volume 32, p 285-288 décrit une cuve d'absorption multipassages (multi-path absorption cell) qui permet d'obtenir de longs trajets optiques sous un volume relativement réduit, en tout cas par rapport aux dispositifs cités ci-dessus avec un miroir sphérique et un prisme, ou un miroir sphérique ou elliptique et une paire de miroirs plans.

La cuve dite « cuve de White » selon la terminologie largement répandue dans ce domaine de la technique, comprend essentiellement trois miroirs sphériques, concaves qui ont le même rayon de courbure et qui sont disposés de manière à former une cavité optique.

La cuve de White est aujourd'hui largement utilisée en particulier dans les systèmes de spectrophotométrie infrarouge.

5

10

15

20

25

Mais, comme cela est indiqué à la page 286, point IX de l'article de White, le principal désavantage de ce dispositif est que les trois miroirs concaves sphériques doivent être spécialement fabriqués pour avoir la même distance focale, ce qui est complexe et onéreux et se répercute de manière analogue sur la complexité et le coût de la cuve de White.

Ce coût élevé et cette complexité alliés à un volume qui reste important font que la cuve de White a vu son utilisation restreinte aux appareils de mesure de précision, et qu'elle n'a pas été mise en oeuvre dans les applications à grande échelle et à faible coût comme les détecteurs de gaz toxiques.

document US-A-5 060 508 (GAZTECH Le remédier CORPORATION) propose, afin de aux 15 inconvénients de la cellule de White qui ont été mentionnés ci-dessus, réaliser des cuves de pièces planes, par joignant deux d'absorption en exemple en plastique moulé, dans lesquelles définies un passage ou tube creux allongé généralement 20 parois serpentin, dont les la forme recouvertes d'un matériau très réfléchissant.

La fabrication d'un tel dispositif, fournissant un long trajet optique, est simple et peu coûteuse et cette cuve d'analyse convient notamment pour la mesure de très faibles concentrations de gaz ayant des bandes d'absorption moyennes à fortes dans l'infrarouge.

Le document associé US-A-5 053 754 du même demandeur décrit l'application de cette cuve d'analyse dans un détecteur de fumée par mesure du taux de dioxyde de carbone.

D'après l'analyse et l'expérience des inventeurs, il a cependant été mis en évidence que les cuves moulées en forme de serpentin du document US-A-5

5

10

25

30

060 508 présentent l'inconvénient d'être extrêmement sensibles aux défauts de réflectivité de la surface réfléchissante des cuves, en raison du grand nombre de réflexion des rayons lumineux à l'intérieur de la cuve en serpentin. Le moindre défaut de réflectivité entraîne une diminution extrêmement importante de la transmission de cuves.

Le but de l'invention est donc de fournir une cuve ou cellule d'absorption qui ne présente pas les inconvénients, défauts et limitations des cuves d'absorption de l'art antérieur et qui résolve les problèmes posés par les cellules de l'art antérieur.

Le but de l'invention est, autrement dit, de fournir des cuves ou cellules d'absorption à la fois, simples, de faible coût, pouvant être fabriquée facilement en grande série, présentant une grande longueur du trajet optique tout en conservant des dimensions relativement faibles voire miniatures. enfin peu sensible aux défauts de réflectivité de la couche réfléchissante, c'est-à-dire encore, l'invention a pour but de fournir des cuves présentant tous les avantages, d'une part des cuves telles que les cuves multipassages de White, d'autre part des cuves à serpentins, sans en présenter les inconvénients.

Ce but et d'autres encore sont atteints, conformément à l'invention par une cuve d'absorption d'un rayonnement lumineux ou autre comprenant au moins un miroir concave, des moyens de mise en circulation d'un gaz, et des moyens d'entrée et de sortie dudit rayonnement lumineux ou autre, ladite cuve étant constituée par l'assemblage de deux parties complémentaires formant une enceinte fermée comprenant faces supérieures et inférieures, la surface interne de ladite enceinte étant recouverte d'une couche réfléchissante, et ledit miroir concave étant

5

10

15

20

25

30

constitué d'une portion de cylindre de section elliptique ou circulaire, la génératrice dudit cylindre étant perpendiculaire au plan desdites faces supérieures et inférieures.

Les cuves selon l'invention comprennent un miroir concave constitué d'une portion de cylindre de section elliptique ou circulaire dont la génératrice est perpendiculaire au plan des faces supérieures et inférieures de l'enceinte fermée.

Un tel miroir est simple et peu onéreux à réaliser, au contraire par exemple des miroirs sphériques (calottes sphériques) ou elliptiques (ellipsoïdes de révolution) des cuves notamment des cuves de White de l'art antérieur.

La conception de la cuve en deux parties, et la forme générale des deux parties complémentaires et de l'enceinte fermée qui se trouve simplifiée du fait de la forme du miroir utilisé, rendent également la cuve facile à réaliser.

En effet, les deux parties complémentaires décrites ci-dessus peuvent être fabriquées facilement et à faible coût et en grande série dans la masse, ou de préférence par moulage.

Cette facilité de fabrication n'est pas accomplie au détriment des propriétés optiques de la cuve car la conception de la cuve et du miroir concave rend par ailleurs la cuve peu sensible aux défauts de réflectivité de la couche réfléchissante des cuves.

La cuve selon l'invention du fait de sa structure spécifique et de la structure spécifique du miroir concave peut avoir une faible dimension et rend ainsi possible la miniaturisation du système d'analyse, par exemple spectrophotométrique, auquel elle est généralement associée.

5

20

25

Même avec des dimensions faibles, voire miniatures, la cuve selon l'invention permet d'obtenir une longueur d'absorption relativement importante et donc une grande sensibilité.

Avantageusement, les deux parties complémentaires forment chacune une demi-cuve et sont constituées par deux plaques symétriques respectivement supérieures et inférieures.

Les deux demi-cuves sont réalisées par 10 exemple dans la masse ou par moulage.

La cuve comporte également des moyens de mise en circulation d'un gaz, c'est-à-dire des moyens permettant au gaz par exemple à analyser de pénétrer à l'intérieur de la cuve puis de la quitter.

15 Selon un premier mode de réalisation des moyens de mise en circulation d'un gaz, lesdits moyens consistent en des trous de faible dimension (microtrous) pratiqués dans chacune des faces supérieures et inférieures de l'enceinte. Un tel mode 20 de réalisation est décrit dans le document US- A- 5 060 508.

Selon un deuxième mode de réalisation des moyens de mise en circulation d'un gaz, lesdits moyens consistent en un élément espaceur intercalé entre lesdites faces supérieures et inférieures et définissant un espace libre « e » entre les 2 parties supérieures et inférieures de la cuve.

Cet espace libre qui permet la circulation du gaz par exemple du gaz, à analyser, doit être de dimension suffisante pour laisser pénétrer le gaz à l'intérieur de la cuve, mais suffisamment faible pour ne pas trop pénaliser la transmission optique de la cuve.

Selon un troisième mode de réalisation des moyens de mise en circulation d'un gaz, lesdits moyens

25

de mise en circulation d'un gaz comprennent des fentes au nombre par exemple de deux pratiquées dans les parois latérales de la cuve, ces fentes permettent la circulation du gaz après l'assemblage, le scellement, des deux parties complémentaires de la cuve.

Selon un premier mode de réalisation de l'invention, la cuve est une cuve dite cuve elliptique de l'art antérieur modifiée, qui comprend, outre ledit miroir concave défini ci-dessus et constitué d'une elliptique cylindre section de portion de circulaire, deux miroirs plans symétriques également inférieure perpendiculaires au plan des faces supérieure. Ces miroirs plans sont situés sur la paroi latérale de l'enceinte opposée audit miroir concave.

Avantageusement lesdits miroirs plans sont inclinés d'un angle de 45 à 75 ° par rapport à l'axe principal de symétrie de la cuve. Cet axe est généralement l'axe horizontal longitudinal de la cuve qui passe par le centre du miroir concave. De préférence, ledit angle d'inclinaison est de 60°.

moyens d'entrée et de sortie Les préférence sont de lumineux ou autre rayonnement constitués par des orifices d'entrée et de pratiqués respectivement dans chacune des deux parois latérales opposées de l'enceinte non occupées par les miroirs décrits plus haut ; une paroi latérale étant occupée par le miroir concave et la paroi latérale opposée étant occupée par lesdits miroirs plans.

Ces orifices prennent de préférence forme de fentes généralement parallèles aux parois Selon forme de supérieures inférieures. une et orifices ces ou fentes préférée de réalisation l'orifice de sortie a une dimension supérieure à l'orifice d'entrée, à savoir la fente de sortie a par exemple une largeur supérieure à la fente d'entrée, ce

5

10

25

30

qui permet selon un effet particulièrement avantageux de l'invention de corriger les aberrations optiques du .miroir concave.

Lesdites fentes sont généralement situées 5 aux foyers du miroir concave.

Selon un deuxième mode de réalisation de l'invention la cuve est une cuve multipassages dite « cuve de White » de l'art antérieur modifiée, qui comprend, outre ledit miroir concave ou principal qui est constitué d'une portion de cylindre de section elliptique ou circulaire :

- deux autres miroirs concaves secondaires également constitués chacun d'une portion de cylindre de section elliptique ou circulaire, les génératrices desdits cylindres étant également perpendiculaires aux plans desdites faces supérieures et inférieures, et lesdits miroirs concaves secondaires étant situés sur la paroi latérale de l'enceinte opposée audit miroir concave principal;
- 20 et deux miroirs plans situés sur la même paroi latérale de l'enceinte que ledit miroir principal.

De préférence, lesdits miroirs concaves sont de section circulaire.

De même que dans le premier mode de réalisation lesdits miroirs plans sont inclinés d'un angle de 45 à 75°, de préférence de 60° par rapport à l'axe principal (horizontal) de la cuve.

La cuve selon l'invention, dans ce deuxième 30 mode de réalisation, se distingue également des cuves de White classiques par le fait qu'elle est globalement dissymétrique et non symétrique, une telle disposition permet selon un effet particulièrement avantageux de l'invention de compenser les défauts d'aberrations optiques dus aux réflexions sur les miroirs.

10

Cette dissymétrie peut être conduite de différentes façons, par exemple le miroir concave principal peut être légèrement dissymétrique par rapport à l'axe principal de la cuve (axe horizontal).

Les orifices d'entrée et de sortie du rayonnement lumineux ou autre, tels que des fentes, sont analogues à ceux décrits dans le premier mode de réalisation, la fente de sortie ayant de préférence, pour les mêmes raisons, une largeur supérieure à la fente d'entrée.

Toutefois, l'orifice ou fente de sortie est de préférence décalé par rapport à l'orifice d'entrée suivant au moins l'un des axes horizontaux et verticaux de la cuve, de préférence suivant les deux axes de celle-ci.

Une telle dissymétrie au niveau de la dimension et du positionnement des fentes contribue également, selon l'invention, à la compensation des défauts optiques.

20 A la fois avec le premier et le second mode l'invention les défauts réalisation de réflectivité de la couche réfléchissante observés par exemple dans la cuve à serpentin de l'art antérieur sont évités, grâce d'une part à la différence dimensions des orifices d'entrée et de sortie du 25 lumineux et/ou d'autre part aux rayonnement dissymétries de la cuve.

Selon l'invention la longueur du trajet optique dans la cuve est considérablement augmenté; ainsi, dans le cas du premier mode de réalisation, la longueur du trajet optique est multipliée par deux, tandis que dans le cas du deuxième mode de réalisation la longueur du trajet ou chemin optique est augmentée d'un facteur dit facteur de multiplication n dépendant

5

10

15

de la distance de séparation de ces miroirs secondaires (voir figure 4).

Le facteur de multiplication n est donné par la formule (2)

 $n = 1 + \frac{D}{d} \tag{2}$ 

où D désigne le diamètre du miroir principal (M), et d désigne la distance séparant les centres de courbure C2 et C2 des deux miroirs secondaires (M1) et (M2).

La longueur totalE du trajet ou chemin optique  $L_{\text{opt}}$  est donnée par la formule (3)

 $L_{opt} = 2nR$ 

5

20

30

où R désigne le rayon des miroirs.

Selon un aspect particulièrement avantageux de l'invention n=4, il a été en effet constaté que les meilleurs résultats de transmission des cuves étaient obtenus avec cette valeur du facteur de multiplication.

Selon l'invention les parties complémentaires de la cuve c'est-à-dire de préférence chacune de demi-cuves est réalisée en matière plastique. Ces parties sont ainsi facile à réaliser à faible coût par simple moulage ou dans la masse.

La couche réfléchissante est, de préférence, une couche métallique par exemple en or, ou bien elle est constituée d'une couche, ou d'un empilement de couches, diélectrique(s) par exemple Si/(SiO<sub>2</sub>/Si)<sub>n</sub> avec par exemple n=3.

Ladite couche réfléchissante est de préférence une couche mince d'une épaisseur fonction du domaine spectral utilisé.

A titre d'exemple pour l'infrarouge, on peut utiliser une couche d'or de 2 500 Å.

Il est à noter que par couche « réfléchissante » on entend généralement une couche possédant une bonne réflectivité dans le domaine spectral considéré en fonction du rayonnement lumineux ou autre mis en oeuvre.

Selon l'invention, ledit rayonnement est choisi par exemple parmi les rayonnements lumineux UV, visible, et de préférence infrarouge.

L'invention concerne également un système d'analyse de gaz par spectrophotométrie, par exemple par spectrophotométrie infrarouge, comprenant la cuve selon l'invention.

Un tel système est connu de l'homme du métier et ne sera pas décrit en détail, on pourra par exemple se reporter à la figure 1, un tel système comprend outre la cuve, généralement une source de rayonnement, par exemple infrarouge, un détecteur de rayonnement et un filtre interférentiel.

L'implantation et le positionnement des autres éléments du système sont favorisés par la conception de la cuve selon l'invention et par sa petite taille. De ce fait, la taille globale du système est également très réduite et ses coûts de fabrication ainsi que sa complexité sont fortement diminuées.

L'invention concerne enfin un procédé de préparation de la cuve d'absorption décrite ci-dessus dans lequel :

- on prépare les deux parties complémentaires de la cuve (ou demies cuves) par moulage ou dans la masse,
  - on recouvre la surface interne des deux parties complémentaires d'une couche réfléchissante,

5

10

- on scelle lesdites parties complémentaires de la cuve pour réaliser une enceinte fermée.

De préférence, les deux parties complémentaires ou demies-cuves sont réalisées par une technique dite de micromoulage à partir d'un micromoule par exemple en silicium.

Ledit micromoule peuvent être préparé par toute technique appropriée, mais de préférence par la technique dite « LIGA ».

D'autres caractéristiques et avantages de l'invention apparaîtront mieux à la lecture de la description qui va suivre, donnée à titre illustratif et non limitatif, en référence aux dessins annexés.

15

20

25

35

10

# Brève description des dessins

La figure l est un schéma simplifié d'un système d'analyse de gaz par spectrophotométrie infrarouge connu comportant une cuve d'absorption ou cuve d'analyse.

La figure 2 est une vue du dessus en perspective d'une cuve d'absorption selon l'invention dans laquelle les moyens de mise en circulation d'un gaz consistent en un espace libre défini entre les faces supérieures et inférieures de la cuve.

La figure 3 est une vue du dessus en coupe qui présente le premier mode de réalisation de la cuve selon l'invention c'est-à-dire une cuve dérivée des cuves dites cuves elliptiques de l'art antérieur.

La figure 4 est une vue du dessus en coupe qui représente le second mode de réalisation de la cuve selon l'invention c'est-à-dire une cuve dérivée des cuves multipassages dites cuves de White de l'art antérieur.

La figure 5 est un schéma illustrant de manière schématique un procédé de préparation d'une cuve d'absorption selon l'invention.

5

20

30

35

## Description détaillée.

Sur la figure 2 qui est une vue en perspective du dessus on note que la cuve selon l'invention est réalisée par scellement de deux parties complémentaires ou demies-cuves supérieures ou inférieures (21) et (22) qui se présentent sur la figure 2 sous la forme de deux plaques identiques sensiblement planes et symétriques.

Les dimensions de la cuve sont par exemple de 20 mm sur 20 mm.

Sur la figure 2, on a également représenté les moyens de mise en circulation d'un gaz qui se présentent sous la forme d'un espace libre défini par un élément espaceur entre les deux plaques ou faces supérieures et inférieures. Cet espace libre est caractérisé par un écartement e entre les plaques qui est par exemple de 0,1 mm.

Sur la figure 2, on a également représenté 25 un orifice d'entrée 24 d'un rayonnement tel qu'un rayonnement lumineux 25.

Il est à noter que la vue du dessus en perspective selon la figure 2 peut représenter aussi bien une cuve selon la première forme de réalisation de la cuve selon l'invention (Fig 3) que selon la seconde forme de réalisationt selon l'invention (Fig 4).

La figure 3 est un vue du dessus en coupe qui représente un premier mode de réalisation de la cuve selon l'invention c'est-à-dire un mode de réalisation dans lequel la cuve est une cuve dérivée

des cuves dites cuve elliptiques de l'art antérieur qui comprennent un miroir concave ellipsoïdal constitué par une portion d'un ellipsoïde de révolution.

Selon l'invention, ledit miroir ellipsoïdal est remplacé par un miroir concave constitué par une portion d'un cylindre de section elliptique ou circulaire (33) dénommé dans ce qui suit miroir cylindrique de section elliptique.

La cuve de la figure 3 comprend une fente d'entrée du faisceau par exemple infrarouge (31) et d'une fente de sorte de ce même faisceau (37).

Les dimensions respectives de ces deux fentes définies par leur largeur sont par exemple de 2 et 2,5 mm. Les fentes (31) et (37) sont situées généralement aux foyers du miroir cylindrique de section elliptique (33).

On peut noter que la fente de sortie (37) a généralement une largeur supérieure à la fente d'entrée (31) en raison des aberrations optiques du miroir elliptique (33) qui élargissent l'image de la fente d'entrée (31).

Deux miroirs plans (32) et (36) permettent l'implantation de la source (310) et du détecteur (311) par exemple infrarouges, sans être gêné par les petites dimensions de la cuve qui sont par exemple de 2 x 2 cm pour une hauteur de 2 mm.

En effet, la position des miroirs (32) et (36) a pour conséquence que la source et le détecteur sont déportés de part et d'autre de la cuve tandis que le faisceau par exemple infrarouge est réfléchi en direction du miroir elliptique (33) et de la fente de sortie (37). Sur la figure 3, les deux miroirs plans (32) et (36) sont inclinés d'un angle de 60° par rapport à l'axe de symétrie de la cuve.

15

20

25

L'élément fondamental de la cuve est le miroir cylindrique (33) qui, sur la figure 3, a une section elliptique. Ce miroir est destiné à collecter la lumière issue de la fente d'entrée (31) et à la diriger vers la fente de sortie (37). La longueur du miroir (33) est typiquement de 20 mm.

La longueur du chemin optique total parcouru par le faisceau tel qu'un faisceau infrarouge à l'intérieur de la cuve est, avec les valeurs données plus haut pour les dimensions de cette cuve et de ses éléments, de 40 mm.

Selon une caractéristique avantageuse de l'invention, la cuve de la figure 3 est pourvue de fentes additionnelles (38) et (39) qui sont aménagées pour améliorer la circulation des gaz à analyser.

Sur la figure 3, le miroir (33) représenté est un miroir cylindrique de section elliptique. Il est à noter que ce miroir pourrait être remplacé par un miroir cylindrique de section circulaire.

Cependant cette configuration est moins intéressante, car le miroir de section circulaire présente des défauts d'aberrations optiques plus importants que ceux du miroir elliptique, ce qui diminue le rendement lumineux du dispositif, ou rend plus complexe la correction de ce défaut.

La figure 4 est une vue du dessous en coupe qui représente un second mode de réalisation de la cuve selon l'invention c'est-à-dire un mode de réalisation dans lequel la cuve est une cuve dérivée des cuves dites cuves multipassages de l'art antérieur.

Il s'agit en particulier d'une cuve multipassage dérivée des cuves dite cuve de White de l'art antérieur comprenant des miroirs concaves sphériques c'est-à-dire constitués par des portions de calottes sphériques.

5

10

15

30

Selon l'invention lesdits miroirs sphériques généralement au nombre de trois sont .remplacés par des miroirs concaves généralement identiques constitués par des portions d'un cylindre de elliptique ou circulaire, de préférence circulaire.

La cuve de la figure 4 comprend une fente d'entrée du faisceau, par exemple infrarouge (41) et d'une fente de sortie de ce même faisceau (47).

Les dimensions respectives de ces fentes définies par leur largeur sont par exemple de 2 et 2,5 mm.

Deux miroirs plans (42) et (46) permettent l'installation de la source (410) et du détecteur (411) par exemple infrarouges, sans être gêné par les petites dimensions de la cuve, qui sont par exemple de 2 x 2 cm pour une hauteur de 2 mm.

En effet, la position des miroirs (42) et (46) a pour conséquence que la source et le détecteur sont déportés de part et d'autre de la cuve tandis que le faisceau par exemple infrarouge est réfléchi en direction du miroir secondaire (43). Sur la figure 4, les deux miroirs plans (42) et (46) sont inclinés d'un angle de 60° par rapport à l'axe de symétrie de la cuve.

Les éléments fondamentaux de la cuve sont les miroirs cylindriques de section elliptique ou circulaire (43)(M1) (44)(M) et (45)(M2), sur la figure 4 les miroirs sont de préférence des miroirs cylindriques de section circulaire.

Les deux miroirs (43)(M1) et (45)(M2) sont des miroirs dits miroirs secondaires qui sont destinés à diriger le faisceau lumineux en direction du miroir principal (44). La dimension de chacun de ces miroirs est typiquement de 10 mm.

15

20

25

30

Le miroir (44) (M) est le miroir principal destiné à diriger le faisceau infrarouge en direction des miroirs secondaires (43) et (45). Généralement, les trois miroirs sont identiques et de rayons R.

Le longueur du chemin optique total parcouru par le faisceau tel qu'un faisceau infrarouge, à l'intérieur de la cuve est, avec les valeurs données plus haut pour les dimensions de cette cuve et de ses éléments, de 160 mm (voir formule (2) ci-dessus), sur la figure D et d ont des significations indiquées plus haut et (412) et (413) sont les références désignant les centres de courbures des miroirs (43)(M1) et (45)(M2).

Comme la cuve de la figure 3, la cuve de la 15 figure 4 est avantageusement pourvue de fentes additionnelles (48) et (49) qui sont aménagées pour la circulation des gaz à analyser.

Selon l'invention, outre le fait que les miroirs concaves (43) (44) (45) sont des miroirs cylindriques de section elliptique ou circulaire, de préférence circulaire, la cuve selon la figure 4, dérivée d'une cuve multipassages, dite cuve de White traditionnelle, se distingue de cette dernière par le fait qu'elle est dissymétrique et non symétrique afin de compenser les défauts d'aberrations optiques dues aux réflexions sur les miroirs.

En effet, le calcul des trajets des rayons optiques à l'intérieur de la cuve au moyen d'un programme de simulation, a conduit à déterminer les miroirs de façon à ce que la fente de sortie 7 reçoive, le maximum de lumière en provenance de la fente d'entrée l, ce qui s'est traduit par les dispositions suivantes montrant la dissymétrie générale de la cuve :

- le miroir 44 est légèrement dissymétrique 35 par rapport à l'axe horizontal, ainsi dans le cas d'une

5

10

20

25

cuve avec un facteur de multiplication n=4 ayant des miroirs de rayon 20 mm comme sur la figure 4 cette dissymétrie est de 2,25 mm;

- la fente de sortie 47 est décalée par 5 rapport à la fente d'entrée 41 de 2,44 mm suivant l'axe horizontal et de 0,25 mm dans le sens de l'axe vertical ;
  - la fente de sortie 47 a une largeur de 2,5 mm contre 2 mm pour la fente d'entrée 41.
- 10 Il est possible de réaliser d'autres cuves multipassages cylindriques, en modifiant le nombre n, par exemple 6 ou 8.

Cependant, d'après les calculs, c'est la configuration n = 4 qui présente en pratique les meilleurs résultats de transmission des cuves.

On va maintenant décrire de manière détaillée un procédé préféré pour la fabrication des cuves d'absorption selon l'invention, en référence à la figure 5 jointe.

- Selon la figure 5, les cuves sont donc avantageusement réalisées par une technique de micromoulage. Une telle technique de micromoulage est par exemple décrite dans le document de Carole Craig Barron, James G. Fleming, Stephen Montague, Jeffry J.
- 25 Sniegowski et Dale L. Hetherington intitulé «
  Integrated Mold/Surface-Micromachining Process. »
  Proceedings of the SPIE, vol. 2722 p 30-35, 1996.

Dans une première étape on réalise le micromoule (51 par exemple par l'une des techniques 30 suivantes :

- Gravure profonde directement dans du silicium faisant intervenir tout d'abord une gravure profonde du silicium (par exemple par gravure plasma), sur une profondeur par exemple de 1 mm, puis une réduction de la rugosité de ladite gravure par

oxydation thermique du silicium sur une épaisseur de 3  $\mu$ m suivie d'une oxydation par attaque avec du HF à 50%.

- Micro-usinage mécanique.
- Technique « LIGA » (en allemand Lithographie, Galvanoformung, Abformung), une telle technique est décrite dans le document de S. Basrour, S. Ballandra et D. Hauden « Application du procédé LIGA en micro-optique », Annales de physique 20 (1995), p693-700.
- Dans une deuxième étape, ledit micromoule sert à fabriquer les deux demies-cuves (52) (53) qui sont réalisées de préférence en matière plastique moulé, par exemple en « Plexiglas ».
- Dans une troisième étape la surface interne des dites demi-cuves est recouverte d'une couche optiquement réfléchissante (54) (55), cette couche peut être constituée d'une couche diélectrique, d'un empilement de couches diélectriques ou bien d'une couche métallique par exemple une couche d'or d'une épaisseur par exemple de 2500 Å.

Le dépôt de cette de ces couches peut se jouer par toute technique connue par exemple par évaporation sous vide symbolisée par les flèches (56) (57).

- Dans une quatrième étape, les demi-cuves sont scellées pour réaliser une cavité fermée, en utilisant une matière de scellement telle qu'une colle ou une résine (57) (58) par exemple Araldite®.
- On peut ensuite dans le cas de la 30 fabrication d'un système d'analyse de gaz par spectrophotométrie par exemple par spectrophotométrie infrarouge rapporter facilement les autres éléments du système extérieurs à la cuve dans les logements prévus à cet effet.

#### REVENDICATIONS

- Cuve d'absorption d'un rayonnement 5 ou autre comprenant au lumineux moins un miroir concave, des moyens de mise en circulation d'un gaz, et des moyens d'entrée et de sortie dudit rayonnement lumineux ou autre, ladite cuve étant constituée par l'assemblage de deux parties complémentaires formant 10 une enceinte fermée comprenant des faces supérieures et inférieures, la surface interne de ladite enceinte étant recouverte d'une couche réfléchissante et ledit miroir concave étant constitué d'une cylindre de section elliptique ou circulaire, la 15 génératrice dudit cylindre étant perpendiculaire plan desdites faces supérieures et inférieures.
- Cuve selon la revendication l dans laquelle lesdites deux parties complémentaires sont constituées par deux plaques symétriques supérieures et inférieures formant chacune une demie-cuve.
- 3. Cuve selon l'une quelconque des revendications 1 et 2 dans laquelle lesdits moyens de mise en circulation d'un gaz consistent en des trous de faibles dimension pratiqués dans chacune desdites faces supérieures et inférieures.
- 4. Cuve selon l'une quelconque des revendications 1 et 2 dans laquelle lesdits moyens de mise en circulation d'un gaz consistent en un élément espaceur définissant un espace libre entre lesdites faces supérieures et inférieures.

5. Cuve selon l'une quelconque des revendications l et 2 dans laquelle lesdits moyens de mise en circulation d'un gaz comprennent deux fentes pratiquées dans les parois latérales de la cuve.

5

- 6. Cuve selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 dans laquelle ladite cuve est une cuve dite cuve elliptique qui comprend outre ledit miroir concave constitué d'une portion de cylindre de section elliptique ou circulaire, deux miroirs plans symétriques également perpendiculaires au plan desdites faces inférieure et supérieure et situés sur la paroi latérale de l'enceinte opposée audit miroir concave.
- 7. Cuve selon la revendication 6 dans laquelle lesdits miroirs plans sont inclinés d'un angle de 45 à 75 ° par rapport à l'axe principal de symétrie de la cuve.
- 8. Cuve selon la revendication 6 dans laquelle lesdits moyens d'entrée et de sortie dudit rayonnement lumineux ou autre sont constitués par des orifices d'entrée et de sortie pratiqués respectivement dans chacune des deux parois latérales opposées de l'enceinte non occupées par lesdits miroirs.
- 9. Cuve selon la revendication 8 dans laquelle lesdits orifices ont la forme de fentes, la fente de sortie ayant une largeur supérieure à la fente d'entrée.
- 10. Cuve selon l'une quelconque des revendications 1 à 5 dans laquelle ladite cuve est une cuve multipassages dite cuve de White, qui comprend outre ledit miroir concave ou principal constitué d'une

portion de cylindre de section elliptique ou circulaire:

- deux autres miroirs concaves secondaires également constitués chacun d'une portion de cylindre de section elliptique ou circulaire, les génératrices desdits cylindres étant également perpendiculaires aux plans desdites faces supérieures et inférieures, et lesdits miroirs concaves secondaires étant situés sur la paroi latérale de l'enceinte opposée audit miroir concave principal;
- et deux miroirs plans situés sur la même paroi latérale de l'enceinte que ledit miroir principal.
- 11. Cuve selon la revendication 10 caractérisée en ce que ledit miroir concave principal est légèrement dissymétrique par rapport à l'axe principal de la cuve.
- 20 la cuve selon la revendication 10 dans la quelle les dits miroirs plans sont inclinés d'un angle de 45 à 75  $^{\circ}$  par rapport à l'axe principal de la cuve.
- 13. Cuve selon la revendication 10 dans 25 laquelle lesdits moyens d'entrée et de sortie dudit rayonnement lumineux ou autre, sont constitués par des orifices d'entrée et de sortie pratiqués respectivement dans chacune des deux parois latérales opposées non occupées par lesdits miroirs.

30

5

10

14. Cuve selon la revendication 13 dans laquelle lesdits orifices ont la forme de fentes, la fente de sortie ayant une largeur supérieure à la fente d'entrée.

- 15. Cuve selon l'une quelconque des revendications 13 et 14 dans laquelle ledit orifice de sortie est décalé par rapport à l'orifice d'entrée suivant au moins l'un des deux axes horizontaux et verticaux de la cuve.
- 16. Cuve selon la revendication 10 dans laquelle le facteur de multiplication n de ladite cuve multipassage est égal à 4.

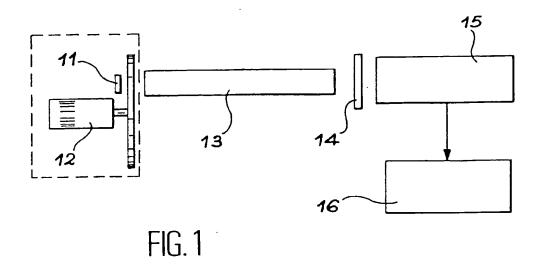
10

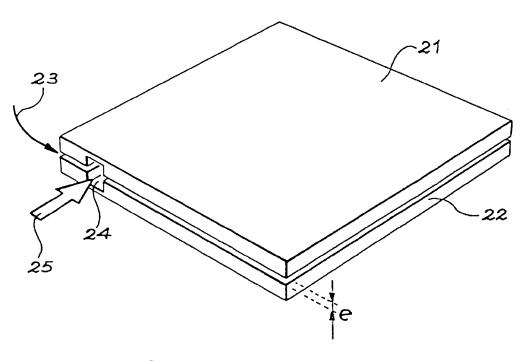
5

17. Cuve selon l'une quelconque des revendications l à 16 dans laquelle lesdites parties complémentaires sont réalisées en une matière plastique.

- 18. Cuve selon l'une quelconque des revendications l1 à 17 dans laquelle ladite couche réfléchissante est une couche métallique.
- 19. Cuve selon l'une quelconque des revendications l à 17 dans laquelle ladite couche réfléchissante est constituée d'une couche ou d'un empilement de couches diélectrique(s).
- 20. Cuve selon l'une quelconque des revendications l à 19 dans laquelle ledit rayonnement est choisi parmi les rayonnements lumineux, visibles, UV et infrarouges.
- 30 21. Système d'analyse de gaz par spectrophotométrie comprenant la cuve d'absorption selon l'une quelconque des revendications 1 à 20.

- 22. Procédé de préparation de la cuve d'absorption selon l'une quelconque des revendications là 20 dans lequel:
- on prépare les deux parties
   5 complémentaires de la cuve (ou demi cuves) par moulage ou dans la masse,
  - on recouvre la surface interne des deux parties complémentaires d'une couche réfléchissante,
- on scelle lesdites parties 10 complémentaires de la cuve pour réaliser une enceinte fermée.
- 23. Procédé selon la revendication 21 dans lequel les deux parties complémentaires sont réalisées par micromoulage à partir d'un micromoule.
- 24. procédé selon la revendication 24 dans lequel ledit micromoule est réalisé par une technique choisie parmi la technique de gravure profonde, le 20 micromoulage mécanique et la technique dite LIGA.







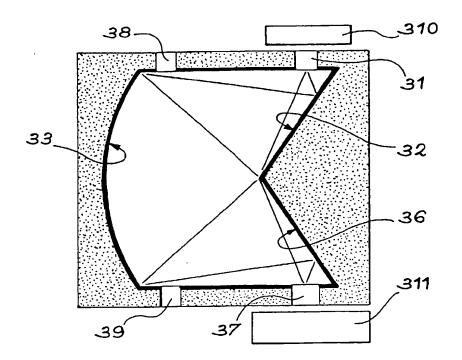
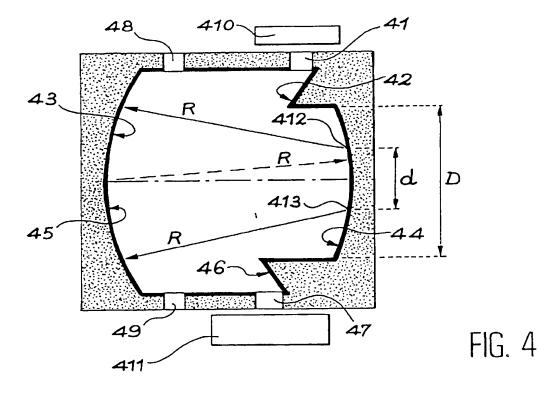


FIG. 3



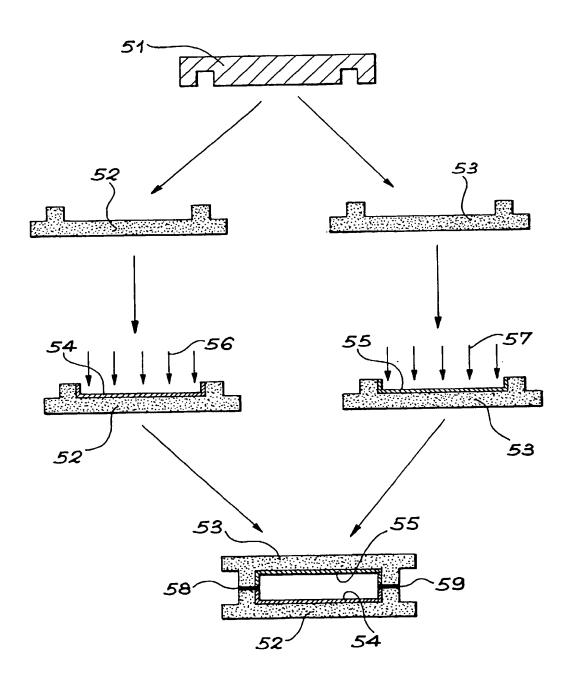


FIG. 5



# RAPPORT DE RECHERCHE PRELIMINAIRE

N° d'enregistrement national

2767195

de la PROPRIETE INDUSTRIELLE

INSTITUT NATIONAL

établi sur la base des dernières revendications déposées avant le commencement de la recherche FA 551286 FR 9715856

| DOCU              | MENTS CONSIDERES COMME PERTINEI   | de la demande  |  |
|-------------------|---|--|--|
| atégorie          | Citation du document avec indication, en cas de besoin,<br>des parties pertinentes  | examinée   |  |
| X<br>A            | EP 0 704 691 A (MICROPARTS GESELLSC)<br>FÜR MIKROSTRUKTURTECHNIK MBH) 3 avr<br>* colonne 2, ligne 28 - colonne 5,<br>51; revendications 1,5,7-9; figures  | 1  1996 17-24<br>  ligne   3,4   |  |
| A                 | GB 2 075 213 A (HONEYWELL INC) 11 n<br>1981<br>* page 1, ligne 39 - ligne 113; fig  | ovembre 6,7  |  |
| A                 | DE 196 31 689 A (FUJI ELECTRIC CO L<br>février 1997<br>* abrégé; figures 1A,3 *   |  |  |
| A                 | DE 38 30 906 A (DRAEGERWERK AG) 15 1990 * revendication 1; figure 1 *   | mars 10  |  |
| D,A               | CRAIG BARON C ET AL: "INTEGRATED N<br>SURFACE-MICROMACHINING PROCESS"<br>SPIE PROCEEDINGS,<br>vol. 2722, 1996, pages 30-35, XP002   |  | DOMAINES TECHNIQUES<br>RECHERCHES (Int.CL.6)                       |
| D,A               | BASROUR S ET AL: "APPLICATION DU ELIGA EN MICRO-OPTIQUE"<br>ANNALES DE PHYSIQUE,<br>vol. 20, 1995, pages 693-700, XP002   |  | GOIN   |
| D,A               | US 5 060 508 A (WONG JACOB Y) 29 or   | ctobre   |  |
|                   |   |  |  |
|                   |   |  | Examinatour  |
| \                 | Date d'achèvement de la recherche<br>10 août 1998   |  | Tabellion, M   |
| X:p<br>Y:p<br>A:p | CATEGORIE DES DOCUMENTS CITES  T:t extrioulièrement pertinent à lui seul extriculièrement pertinent en combinaison avec un utre document de la même catégorie  D: extrinent à l'encontre d'au moins une revendication | théorie ou principe à la base de<br>document de brevet bénéficie<br>à la date de dépôt et qui n'a é<br>le dépôt ou qu'à une date pos<br>cité dans la demande<br>bité pour d'autres raisons | nt d'une date anteneure<br>té publié qu'à cette date<br>stérieure. |
|                   |   | membre de la même famille,   | document correspondent   |

# This Page is Inserted by IFW Indexing and Scanning Operations and is not part of the Official Record

# **BEST AVAILABLE IMAGES**

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images include but are not limited to the items checked:

BLACK BORDERS

IMAGE CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES

FADED TEXT OR DRAWING

BLURRED OR ILLEGIBLE TEXT OR DRAWING

SKEWED/SLANTED IMAGES

COLOR OR BLACK AND WHITE PHOTOGRAPHS

GRAY SCALE DOCUMENTS

LINES OR MARKS ON ORIGINAL DOCUMENT

REFERENCE(S) OR EXHIBIT(S) SUBMITTED ARE POOR QUALITY

# IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

☐ OTHER:

As rescanning these documents will not correct the image problems checked, please do not report these problems to the IFW Image Problem Mailbox.